

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

08.08.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2002年 8月12日
Date of Application:

出願番号 特願2002-235274
Application Number:
[ST. 10/C]: [JP 2002-235274]

出願人 住友電気工業株式会社
Applicant(s):

REC'D 26 SEP 2003

WIPO

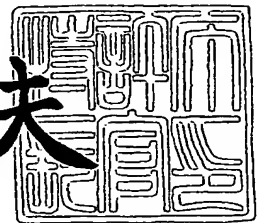
PCT

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2003年 9月11日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 102Y0462

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C03B 20/00

【発明者】

 【住所又は居所】 神奈川県横浜市栄区田谷町 1 番地 住友電気工業株式会
社横浜製作所内

 【氏名】 守屋 知巳

【特許出願人】

 【識別番号】 000002130

 【氏名又は名称】 住友電気工業株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100099195

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 宮越 典明

【選任した代理人】

 【識別番号】 100116182

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 内藤 照雄

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 030889

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

 【包括委任状番号】 0203456

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 ガラスパイプの高純度化方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ガラスパイプを 1 0 0 0℃以上 1 3 0 0℃未満の範囲内の温度に加熱しながら前記ガラスパイプに対して電圧を印加する電圧印加工程を有する、ガラスパイプの高純度化方法。

【請求項 2】 前記ガラスパイプを、その中心軸を回転軸として 5 r p m 以上 1 0 0 r p m 以下の範囲内の回転速度で回転させながら前記電圧印加工程を行う、請求項 1 に記載のガラスパイプの高純度化方法。

【請求項 3】 前記電圧の電圧勾配の方向を、前記ガラスパイプの略径方向とする請求項 1 または 2 に記載のガラスパイプの高純度化方法。

【請求項 4】 前記電圧勾配を、前記ガラスパイプの内周面側から外周面側に向けて負の勾配とするとともに、前記電圧印加工程に次いで、前記ガラスパイプの外周面から所定深さまでの領域を除去する表面均一除去工程を有する、請求項 3 に記載のガラスパイプの高純度化方法。

【請求項 5】 前記電圧勾配を、前記ガラスパイプの外周面側から内周面側に向けて負の勾配とするとともに前記電圧印加工程に次いで、前記ガラスパイプの内周面から所定深さまでの領域を除去する表面均一除去工程を有する、請求項 3 に記載のガラスパイプの高純度化方法。

【請求項 6】 前記電圧の電圧勾配の方向を、前記ガラスパイプの中心軸の方向とする請求項 1 または 2 に記載のガラスパイプの高純度化方法。

【請求項 7】 前記電圧勾配を、前記ガラスパイプの第一端面から第二端面に向かう方向で負の勾配とするとともに、前記ガラスパイプの第二端面から所定深さまでの領域を除去する端部除去工程を有する、請求項 6 に記載のガラスパイプの高純度化方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、ガラスパイプの高純度化方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

近年、光通信技術の進歩に伴い、光ファイバの利用が高まってきている。光ファイバの主な製造方法としては、VAD法（Vapor phase Axial Deposition：気相軸付法）、OVD法（Outer Vapor phase Deposition：外付法）、MCVD法（Modified Chemical Vapor phase Deposition：内付法）がある。特に、高ビットレート化、波長多重度の高度化により、情報伝達容量の高密度化が高まっており、光ファイバの偏波分散の低減が強く望まれている。

【0003】

光ファイバの製造に際しては、通常はプリフォームと呼ばれる成形体を高速で線引きすることによって所望の光ファイバを得るという方法がとられている。従って、光ファイバの形状は、プリフォームの形状および品質を引き継いでしまうため、プリフォームの形成に際しては、極めて高精度の形状および品質制御が求められている。

【0004】

例えばMCVD法は、ガラス管からなる内付け用パイプの内壁にガラス微粒子（すす）を堆積する方法であるが、このガラス管はそのまま用いられるため、非円率および偏心率が小さく、肉厚が均一で、特性の優れたものである必要がある。非円率または偏肉の大きなガラス管から作製された光ファイバは偏波分散（PMD）が大きな値となってしまう。

【0005】

従来、加熱したガラスインゴットに炭素ドリルなどの穿孔部材を回転しつつ押し付けることにより、石英パイプを形成する熱間炭素ドリル圧入法が提案されている（特開平7-109135号）。

【0006】

また、この他、円柱状の石英ガラスロッドを回転させながら、先端を加熱軟化させ、ロッド先端面の中心部に穿孔部材の先鋭端に係合させてこの先鋭端の周縁を穿孔部材に対して回転し、引き抜く方法も提案されている（特許第2798465号）。

【0007】

しかしながら、このようにして得られるガラス管には、ガラスインゴットの製造工程時や穿孔部材による穿孔工程時に不純物が混入している場合が多く、近年、光ファイバの高性能化がさらに求められるに伴い、従来に比して、より高純度のガラス管が必要とされている。

【0008】

特許 2726729 号には、熔融石英のチューブを 1000℃以上の温度（実施例では、1500℃，1600℃，2100℃）で加熱しながら、電圧を印加することによって、金属不純物イオンをチューブの外部壁面で拡散させる技術が記載されており、これにより、熔融石英のチューブの高純度化が図れるとされている。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、このようにして得られる熔融石英のチューブは、前記温度が加わったことに起因するチューブの変形が大きく、これを形状の精度が高次元で要求されるガラスパイプに適用しようとする場合には、前記したチューブの高純度化に次いで、一般に、チューブを所望の形状に再加工するための後成形加工工程を追加する必要がある。通常、後成形加工工程では、チューブの内径および外径を長手方向に一定とするために、全長を測定した上で、それに基づいてチューブの内周面および外周面に対して成形加工が必要となり、チューブの製造コストを著しく上昇させる要因と成り得る。また、チューブの変形状態によっては、所望の形状のチューブの製造が非常に困難である。

【0010】

本発明は、前記問題点に鑑みてなされたものであって、その目的は、ガラスパイプの変形を高次元で抑制しつつ高純度化を実施できるガラスパイプの高純度化方法を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】

本発明に係るガラスパイプの高純度化方法は、ガラスパイプを 1000℃以上

1 3 0 0℃未満の範囲内の温度に加熱しながらガラスパイプに対して電圧を印加する電圧印加工程を有する。

好ましくは、ガラスパイプを、その中心軸を回転軸として 5 r p m 以上 1 0 0 r p m 以下の範囲内の回転速度で回転させながら電圧印加工程を行う。

【0 0 1 2】

本発明に係るガラスパイプの高純度化方法においては、電圧の電圧勾配の方向を、ガラスパイプの略径方向とするのが好ましい。ここでは、より好ましくは、電圧勾配を、ガラスパイプの内周面側から外周面側に向けて負の勾配とするとともに、電圧印加工程に次いで、ガラスパイプの外周面から所定深さまでの領域を除去する表面均一除去工程を有するか、あるいは、電圧勾配を、ガラスパイプの外周面側から内周面側に向けて負の勾配とするとともに、電圧印加工程に次いで、内周面から所定深さまでの領域を除去する表面均一除去工程を有する。

【0 0 1 3】

また、本発明に係るガラスパイプの高純度化方法においては、電圧の電圧勾配の方向を、ガラスパイプの中心軸の方向とするのが好ましい。ここでは、より好ましくは、電圧勾配を、ガラスパイプの第一端面から第二端面に向かう方向で負の勾配とするとともに、ガラスパイプの第二端面から所定深さまでの領域を除去する端部除去工程を有する。

【0 0 1 4】

【発明の実施の形態】

本発明の実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法は、ガラスパイプを 1 0 0 0℃以上 1 3 0 0℃未満の範囲内の温度に加熱しながらガラスパイプに対して電圧を印加する電圧印加工程を有している。

【0 0 1 5】

本発明の実施形態に係る高純度化方法を実施できる高純度化装置について以下に説明する。第一の高純度化装置 1 0 0 は、図 1 の概略縦断面図に示すように、長尺状の基台 2 1 と、ガラスパイプ 1 1 を囲繞できるように基台 2 1 の長手方向に沿って特定距離で配置された加熱手段 2 2 と、電源 5 1 とを有している。基台 2 1 は、長手方向が略鉛直方向となるように配置されており、加熱手段 2 2 の上

方には、ガラスパイプ 11 の一端部を把持できる第一チャック 31 が第一テーブル 32 を介して基台 21 に対して取付けられている。加熱手段 22 の下方には、ガラスパイプ 11 の他端部を把持できる第二チャック 41 が第二テーブル 42 を介して基台 21 の外に取付けられている。第一チャック 31 及び第二チャック 41 は、それぞれモータ（図示せず）により、互いが同期して回転することによって、ガラスパイプ 11 がその中心軸を回転軸として回転できるように構成されている。

また、第二テーブル 42 は、ガラスパイプ 11 の第一チャック 31 及び第二チャック 41 に対する脱着を容易とするために、鉛直方向に移動可能に構成されている。

【0016】

第一チャック 31 の上方には、電極固定部材 33 が取付けられており、長尺状の内側電極 12 は、第一チャックの上端部 31A を突き抜ける導電性の電極接続部 14 を介して電極固定部材 33 に把持されている。ここで、内側電極 12 は、鉛直方向下向きに加熱手段 22 の下端近傍に至るまで延びるように構成されている。内側電極 12 は、その横断面における最大外径が、高純度化処理に供されるガラスパイプ 11 の内径よりも小さくなるように設定されており、ガラスパイプ 11 と内側電極 12 とが接触しないように構成されている。

【0017】

また、例えば第一チャックの上端部 31A には、把持されたガラスパイプ 11 の中空と連通できるガス管 84 が設けられており、ガス管 84 は流路の開閉を実施できるバルブ 82 を介して内側ガス供給装置 83 に接続している。さらに、例えば第二チャック 41 の下端には、把持されたガラスパイプ 11 の中空と連通できるガス管 63 が設けられており、ガス管 63 は、流路の開閉を実施できるバルブ 61 を介して吸気ポンプ 81 に接続している。

【0018】

電源 51 は、通常、直流電源とされており、プラス極から出た導電線が電極接続部 14 に接続している。内側電極 12 及び電極接続部 14 の素材としては、グラファイトや表面処理グラファイトなどを挙げることができる。特に、内側電極

12の素材は、表面処理グラファイトであることが好ましく、表面処理グラファイトの具体例としては、表面にPyC（熱分解炭素）、金属炭化物（NbC, TaC, TiC, ZrC）、またはSiCが設けられたグラファイトを好適に挙げることができる。

一方、電源51のマイナス極から出た導電線は、加熱手段22が備える発熱体に接続している。発熱体の素材は、カーボン等を好適に例示できる。

ここで、グラファイト等のカーボンは、不純物の含有量が1ppm以下であるのが好ましく、これにより、ガラスパイプ11に不純物が侵入されにくくなる。

【0019】

また、第一の高純度化装置100は、基台21の上方から下方に向けて、外側ガスG2を吹き出すガス吹き出し口27が設けられている。

【0020】

次に、第一の高純度化装置100を使用する本発明の第一実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法について説明する。

第二チャック41と加熱手段22とが十分に離れた状態で、ガラスパイプ（石英パイプ）11の上端を、ガラスパイプ11の中空に内側電極12が収容されるように、第一チャック31にて把持する。

ここで、ガラスパイプ11は、高純度化する有効部11aの上下にダミーパイプ11bが接続されてなる。ダミーパイプは、通常、純度の低い廉価なパイプとされており、高純度化後には有効部11aから切り離される。有効部11aは、略全域が、加熱手段22からの熱を受けて1000℃以上1300℃未満の範囲内の温度に加熱され得る長さとされている。第一チャック31、第二チャック41で把持される部分はダミーパイプ11bである。また、有効部11aの素材は、光ファイバ用として、通常、SiO₂を99.99重量%以上を含有する高純度のSiO₂とされている。

次いで、第二テーブル42を、加熱手段22に向けて鉛直方向に移動し、ガラスパイプ11の下端を、第二チャック41にて把持する。ここでは、ガラスパイプ11の中心軸と内側電極12の中心軸とはほぼ一致しており、ガラスパイプ11が内側電極12に対して接触しないように取付けられる。

【0021】

次いで、バルブ82を閉状態、バルブ61を開状態にして、吸気ポンプ81を作動させて、ガラスパイプ11の中空からのガスの排気を行った後、バルブ82を開状態、バルブ61を閉状態にして、内側ガス供給装置83を作動させて、該中空へ内側ガスG1を供給する。バルブ82は、必要に応じて閉状態とされる。内側ガスG1は、アルゴン等の希ガスや窒素ガスなどとされている。ガラスパイプ11の中空内における内側ガスG1の圧力は、内側ガスG1の供給量などを調整することによって、 $-0.5\text{ kPa} \cdot \text{gage} \sim -1.5\text{ kPa} \cdot \text{gage}$ とされるのが好ましい。

【0022】

次いで、基台21の上方から下方に向けて、アルゴン等の希ガスや窒素ガスなどの外側ガスG2を流動させながら、加熱手段22を作動させてガラスパイプ11を 1000°C 以上 1300°C 未満の範囲内の温度で加熱するとともに、電源51を作動させてガラスパイプ11に対して電圧を印加することにより、電圧印加工を実施する。電圧は、通常、直流電圧であり、 $1\text{ kV} \sim 50\text{ kV}$ の範囲とするのが好ましい。外側ガスG2の流量は、 $10\text{ リットル/分} \sim 20\text{ リットル/分}$ 、外側ガスG2の圧力は、 $0.5\text{ kPa} \cdot \text{gage} \sim 1.5\text{ kPa} \cdot \text{gage}$ とされるのが好ましい。

【0023】

ここでは、陽極である内側電極12と、陰極である加熱手段22とが、対向するようにガラスパイプ11の内側と外側に配置されるとともに、内側電極12とガラスパイプ11との間に内側ガスG1が介在し、陰極とガラスパイプ11との間に外側ガスG2が介在している。これにより、ガラスパイプ11には、電圧勾配の方向がガラスパイプ11の略径方向となる電圧が印加される。また、電圧勾配は、ガラスパイプ11の内周面側から外周面側に向けて負の勾配となっている。なお、電圧の電圧方向がガラスパイプ11の略径方向になるとは、内側電極12がガラスパイプ11の中心軸からずれるなどして、電圧勾配の方向がガラスパイプ11の径方向からわずかにずれる場合も包含するものである。

これにより、ガラスパイプ11に含有されている不純物陽イオンC（リチウム

イオン、ナトリウムイオン、カリウムイオン等のアルカリ金属イオンや銅イオンなど)は、図1の要部断面図である図2(a)に示すように、ガラスパイプ11の外周面方向に移動する。

【0024】

そして、電圧印加工程を一定時間継続することによって、ガラスパイプ11に含有されている不純物陽イオンCを、ガラスパイプ11の外周面から拡散させ、外側ガスG2の流動を利用して第一の高純度化装置100から排出させるか、図2(b)の要部断面図に示すように、ガラスパイプ11の外周面近傍にて偏在させることができる。

【0025】

前記したように、ガラスパイプ11は、1000℃以上1300℃未満の範囲内の温度で加熱される必要がある。ガラスパイプ11が1300℃を超える温度に曝されると、ガラスパイプ11の変形が著しくなり、高純度化後のガラスパイプ11に対して、内径および外径を長手方向に一定とするための後加工工程を追加する必要性が極めて高くなる。一方、ガラスパイプ11が1000℃以上に加熱されないと、不純物陽イオンCをガラスパイプ11の中で移動させることがほとんどできない。

ガラスパイプ11に対する加熱温度の下限値は1000℃、好ましくは1100℃、上限値は1300℃未満、好ましくは1200℃以下である(以下の実施形態でも同様)。

【0026】

電圧印加工程は、第一チャック31と第二チャック41とを同期して回転させることによって、ガラスパイプ11を、その中心軸を回転軸として5rpm以上100rpm以下の範囲内の回転速度で回転させながら実施するのが好ましい。なお、ここでは、ガラスパイプ11の中心軸と前記回転軸とが多少ずれている場合も含むものとする。

回転速度を5rpm以上とすることによって、ガラスパイプ11が加熱手段22から受ける熱を周方向でより均一することができる。よって、ガラスパイプ11の温度が周方向で不均一となることに起因するガラスパイプ11の変形をより

確実に低減できる。特に、高純度化装置における加熱手段がガラスパイプの周方向に連続して設けられない場合は、上記回転速度範囲内でガラスパイプを回転させるのが好ましい。

一方、回転速度を 100 rpm 以下とすることによって、遠心力に起因するガラスパイプ 11 の変形を確実に抑制できる。

【0027】

電圧印加工程の後には、必要に応じて、ガラスパイプ 11 の外周面から所定深さまでの領域を均一に除去する表面均一除去工程を実施することができ、これにより、ガラスパイプ 11 の高純度化をより確実に行うことができる。表面均一除去工程は、公知の機械的切削加工処理やフッ酸等の化学エッチング処理などを使用することによって実施できる。

【0028】

第一実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法における好適な実施条件を以下に示す。

ガラスパイプの外径：75 mm～150 mm

ガラスパイプの内径：52.5 mm～105 mm

ガラスパイプの長手方向長さ：1000 mm～1500 mm

電圧印加工程時間：20 時間～30 時間

表面均一除去工程において除去されるガラスパイプの外周面からの深さ：0.1 mm～0.3 mm

【0029】

以上に説明した本発明の第一実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法によれば、ガラスパイプの変形を抑制しつつ高純度化を実施でき、ガラスパイプの内径および外径を長手方向に一定とするための後成形加工工程（ガラスパイプの内周面および外周面に対する切削や、部分又は全体的な縮径など）を省略できるので、高純度化されたガラスパイプの製造コストを非常に低減できる。なお、必要に応じて追加される前記表面均一除去工程は、変形が抑制されつつ高純度化がなされたガラスパイプの周面を所定深さで除去する工程である。これは所定深さを均一に除去する工程に限られ、変形による後成形加工工程と比較して実施が極

めて容易な工程である。なお、それぞれの電極がガラスパイプに接するようにしても良い。

【0030】

第二の高純度化装置 200 には、図 3 の概略縦断面図に示すように、第一の高純度化装置 100 が具備する加熱手段 22 に代えて、長手方向長さが短く設定された加熱手段 23 が設けられるとともに、内側電極 12 に代えて、内側電極 13 が加熱手段 23 と同程度の長さであるように構成されている。

また、第二の高純度化装置 200 は、第一の高純度化装置 100 が具備する第一テーブル 32 及び第二テーブル 42 に代えて、それぞれ、第一テーブル 35 及び第二テーブル 45 を有している。第一テーブル 35 及び第二テーブル 45 はモータ（図示せず）を備えており、基台 21 に沿いながら、それぞれ所定速度で鉛直方向に移動可能に構成されている。

【0031】

次に、第二の高純度化装置 200 を使用する本発明の第二実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法を、主として、第一実施形態との相違点を挙げることにより説明する。

【0032】

第一実施形態と同様に、ガラスパイプ（石英パイプ）11 の端部を、ガラスパイプ 11 の中空に内側電極 13 が収容されるように、第一チャック 31 及び第二チャック 41 にて把持する。有効部 11a の長手方向長さは、加熱手段 23 の長手方向長さよりも十分に長く、有効部 11a の一部領域が加熱手段 22 からの熱を受けて 1000℃以上 1300℃未満の範囲内の温度に加熱され得る長さとなっている。

【0033】

第二実施形態では、第一テーブル 35 及び第二テーブル 45 を基台 21 に沿って移動させて、ガラスパイプ 11 を加熱手段 23 に対して相対移動させることによって、1000℃以上 1300℃未満の範囲内の温度に加熱するとともに電圧を印加する電圧印加工程を、ガラスパイプ 11 の全域に対して実施できる。ガラスパイプ 11 の代わりに加熱手段を動かしても良い。

【0034】

第二実施形態においても、第一実施形態と同様に、ガラスパイプ11を、その中心軸を回転軸として5rpm以上100rpm以下の範囲内の回転速度で回転させながら実施するのが好ましい。また、電圧印加工程に後に、前記表面均一除去工程を実施しても良い。

以上に説明した第二実施形態によれば、第一実施形態と同等の効果を奏することができる。

【0035】

第一実施形態及び第二実施形態においては、図4の概略断面図に示すように、加熱手段22, 23と電源とを接続しない代わりに、ガラスパイプ11の外周面と加熱手段22, 23との間に、電源と接続する外側電極15を別途配置しても良い。

【0036】

また、以上の実施形態では、内側電極を陽極とし、外側電極あるいは加熱手段を陰極としたが、内側電極を陰極とし、外側電極あるいは加熱手段を陽極とする実施形態も例示できる。

この場合、ガラスパイプ11には、前記実施形態と同様に、電圧勾配の方向がガラスパイプ11の略径方向となる電圧が印加されるが、電圧勾配は、ガラスパイプ11の外周面側から内周面側に向けて負の勾配となる。

【0037】

これにより、ガラスパイプに含有されている不純物陽イオン（リチウムイオン，ナトリウムイオン，カリウムイオン等のアルカリ金属イオンや銅イオンなど）は、ガラスパイプの内周面方向に移動する。

よって、電圧印加工程の後に、ガラスパイプの内周面から所定深さまでの領域を除去する表面均一除去工程を実施することによって、ガラスパイプの高純度化をより確実に行うことができる。

【0038】

また、前記実施形態では、内側ガスをガラスパイプ11の中空内に封入するとともに、外側ガスを流動させる形態としたが、内側ガスをガラスパイプの中空内

で流動させるとともに、外側ガスを基台内で流動させる形態であっても良い。

【0039】

また、前記実施形態では、電圧印加工程において内側ガスG1と外側ガスG2とを使用する形態を例示したが、本発明の実施形態のガラスパイプの高純度化方法はこれに限らない。

すなわち、例えば、内側ガスG1を使用せずに、中心軸を回転軸として回転するガラスパイプの内周面に対して内側電極を摺接させる形態、外側ガスG2を使用せずに、中心軸を回転軸として回転するガラスパイプの外周面に対して外側電極を摺接させる形態、及び、これらを組み合わせた形態（図5参照：この場合、内側ガスG1、外側ガスG2を必要としない。）なども例示できる。ガラスパイプに摺接する電極としては、電極からガラスパイプへの不純物の移動を確実に抑制するために、前掲の表面処理グラファイトを好適に例示できる。

【0040】

第三の高純度化装置300は、図6の概略縦断面図に示すように、長尺状の基台71と、ガラスパイプ11を囲繞できるように基台71の長手方向に沿って特定距離で配置された加熱手段25と、電源52とを有している。基台71は、長手方向が略鉛直方向となるように配置されており、加熱手段25の上方には、ガラスパイプ11の一端部を把持できる第一チャック36が第一テーブル37を介して基台71に対して取付けられている。第一チャック36の内部には、ガラスパイプ11の端面と接触可能に第一電極65が設けられている。加熱手段25の下方には、ガラスパイプ11の他端部を把持できる第二チャック46が第二テーブル47を介して基台71に対して取付けられている。第二チャック46の内部には、ガラスパイプ11の端面と接触可能に第二電極66が設けられている。

【0041】

第一チャック36及び第二チャック46は、それぞれモータ（図示せず）を備えており、互いが同期して回転することによって、ガラスパイプ11がその中心軸を回転軸として回転できるように構成されている。

電源52は、通常、直流電源とされており、プラス極から出た導電線が第一電極65に接続している。一方、電源52のマイナス極から出た導電線は第二電極

66に接続している。第一電極65及び第二電極66の素材としては、グラファイトや前掲の表面処理グラファイトなどを挙げることができる。

【0042】

次に、第三の高純度化装置300を使用する本発明の第三実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法について説明する。

片端に中心軸が揃うようにダミーパイプ19が融着接続されたガラスパイプ11を用意する。

ガラスパイプ11のダミーパイプ側の端部を第二チャック46にて把持し、他端部を第一チャック36にて把持する。ここで、ガラスパイプの第一端面11A（ダミーパイプとは反対側の端面）は第一電極65に対して、ガラスパイプの第二端面11B（ダミーパイプ側の端面）は第二電極66に対して、それぞれ接触している。また、ガラスパイプ11の長手方向長さは、ガラスパイプ11の略全域が、加熱手段25からの熱を受けて1000℃以上1300℃未満の範囲内の温度に加熱され得る長さとしてされている。

【0043】

次いで、加熱手段25を作動させてガラスパイプ11を1000℃以上1300℃未満の範囲内の温度で加熱するとともに、電源52を作動させてガラスパイプ11に対して電圧を印加することにより、電圧印加工程を実施する。電圧は、通常、直流電圧であり、1kV～50kVの範囲とするのが好ましい。

【0044】

ここでは、陽極である第一電極65と陰極である第二電極66とが、対向するようにガラスパイプ11の両端に配置されるとともに、ガラスパイプ11には、電圧勾配の方向がガラスパイプ11の中心軸の方向となる電圧が印加される。

また、電圧勾配は、ガラスパイプの第一端面11Aから第二端面11Bに向かう方向で負の勾配となっている。

【0045】

これにより、ガラスパイプ11に含有されている不純物陽イオンC（リチウムイオン、ナトリウムイオン、カリウムイオン等のアルカリ金属イオンや銅イオンなど）は、図6の要部断面図である図7（a）に示すように、ガラスパイプの第

二端面 11B の方向に移動する。

【0046】

そして、電圧印加工程を一定時間継続することによって、ガラスパイプ 11 の不純物陽イオン C を、図 7 (b) に示すように、ダミーパイプ 19 にて偏在させることができる。

【0047】

電圧印加工程の後には、必要に応じて、ガラスパイプの第二端面 11B から所定深さまでの領域を除去する端部除去工程を実施することができ、第三実施形態においては、ダミーパイプ 19 をガラスパイプ 11 から除去することによって容易に実施できる。これにより、ガラスパイプ 11 の高純度化をより確実に行うことができる。

【0048】

第三実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法における好適な実施条件を以下に示す。

ガラスパイプの外径：40 mm～75 mm

ガラスパイプの内径：28 mm～52.5 mm

ガラスパイプの長手方向長さ（ダミーパイプも含む）：1000 mm～1500 mm

ダミーパイプの長手方向長さ：50 mm～100 mm

電圧印加工程時間：20 時間～30 時間

【0049】

第三実施形態においても、第一実施形態と同様に、ガラスパイプ 11 を、その中心軸を回転軸として 5 rpm 以上 100 rpm 以下の範囲内の回転速度で回転させながら実施するのが好ましい。

以上に説明した第三実施形態によれば、第一実施形態と同等の効果を奏することができる。

【0050】

第四の高純度化装置 400 には、図 8 の概略縦断面図に示すように、第三の高純度化装置 300 が具備する加熱手段 25 に代えて、長手方向長さが短く設定さ

れた加熱手段 26 が設けられている。第三の高純度化装置 300 が具備する第一テーブル 37 及び第二テーブル 47 に代えて、それぞれ、第一テーブル 39 及び第二テーブル 49 を有している。第一テーブル 39 及び第二テーブル 49 はモータ（図示せず）を備えており、基台 71 に沿いながら、それぞれ所定速度で鉛直方向に移動可能に構成されている。なお、ガラスパイプ 11 の代わりに加熱手段を移動させてもよい。

【0051】

次に、第四の高純度化装置 400 を使用する本発明の第二実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法を、主として、第三実施形態との相違点を挙げることにより説明する。

【0052】

第三実施形態と同様に、ガラスパイプ 11 の端部を第一チャック 36 及び第二チャック 46 にて把持する。ガラスパイプ 11 の長手方向長さは、加熱手段 26 の長手方向長さよりも十分に長く、ガラスパイプ 11 の一部領域が加熱手段 26 からの熱を受けて 1000℃以上 1300℃未満の範囲内の温度に加熱され得る長さとなっている。

【0053】

第四実施形態では、第一テーブル 39 及び第二テーブル 49 を基台 71 に沿って移動させて、ガラスパイプ 11 を加熱手段 26 に対して相対移動させることによって、1000℃以上 1300℃未満の範囲内の温度に加熱するとともに電圧を印加する電圧印加工程を、ガラスパイプ 11 の全域に対して実施できる。

第三実施形態と同様、ガラスパイプ 11 に含有されている不純物陽イオンは、ガラスパイプの第二端面 11B の方向に移動することから、先ず、第一チャック 36 と加熱手段 26 とを近傍に配置して、ガラスパイプ 11 の上端部に対して電圧印加工程を実施し、続いて、ガラスパイプ 11 と加熱手段 26 とを相対移動させることによって、ガラスパイプ 11 の下側の領域に向けて電圧印加工程を実施するのが好ましい。これにより、効率良く、ガラスパイプ 11 内の不純物陽イオンをダミーパイプ 19 にて偏在させることができる。

【0054】

第四実施形態においても、第一実施形態と同様に、ガラスパイプ11を、その中心軸を回転軸として5rpm以上100rpm以下の範囲内の回転速度で回転させながら実施するのが好ましい。また、電圧印加工程に後に、必要に応じて、前記端部除去工程を実施することができ、第四実施形態においても、ダミーパイプ19をガラスパイプ11から除去することによって容易に実施できる。これにより、ガラスパイプ11の高純度化をより確実に行うことができる。

以上に説明した第四実施形態によれば、第一実施形態と同等の効果を奏することができる。

【0055】

【実施例】

（実施例1）

前記第一の高純度化装置100に準ずる高純度化装置を使用して第一実施形態に係るガラスパイプの高純度化を以下の条件で行う。

ガラスパイプの外径：150mm

ガラスパイプの内径：105mm

ガラスパイプの長手方向長さ：1500mm

【0056】

上記ガラスパイプの組成：不純物陽イオン（リチウムイオン，ナトリウムイオン，カリウムイオン及び銅イオンの総和）を0.1重量ppmで含有するSiO₂

ここで、不純物陽イオンの濃度は、ガラスパイプ全体に対する不純物陽イオンの含有量を意味し、以下も同様とする。

【0057】

また、上記ガラスパイプの長手方向の外径の変形を超音波測定器で測定し、標準偏差（以下、この標準偏差をガラスパイプ径標準偏差ともいう）を算出したところ、0.1mmである。

【0058】

内側ガス：アルゴン，-0.5kPa・gage

外側ガス：アルゴン，10リットル／分，1kPa・gage

加熱温度: 1100℃

電圧: 40 kV の直流電圧

電圧印加工程時間: 30 時間

ガラスパイプの回転速度: 30 rpm

表面均一除去工程 (化学エッチング) において除去されるガラスパイプの外周面からの深さ: 0.24 mm

【0059】

(実施例 2)

加熱温度を 1280℃ とする以外は、実施例 1 と同様にガラスパイプの高純度化方法を行う。

【0060】

(比較例 1)

加熱温度を 980℃ とする以外は、実施例 1 と同様にガラスパイプの高純度化方法を行う。

【0061】

(比較例 2)

加熱温度を 1320℃ とする以外は、実施例 1 と同様にガラスパイプの高純度化方法を行う。

【0062】

実施例及び比較例の高純度化方法を施した後におけるガラスパイプの結果を表に示す。

【0063】

【表 1】

表 1

	加熱温度 (℃)	不純物陽イオン の濃度 (重量・ppm)	ガラスパイプ径 標準偏差 (mm)
実施例 1	1100	0.02	0.1
実施例 2	1280	<0.01	0.3
比較例 1	980	0.12	0.1
比較例 2	1320	<0.01	0.8

【0064】

表に示すように、加熱温度が1000℃以上1300℃未満の範囲内とされた実施例の高純度化方法によれば、不純物陽イオンが減少し、かつ、ガラスパイプ径標準偏差はほとんど変化しない。すなわち、ガラスパイプの変形が高次元で抑制されつつ、高純度化が実施される。実施例の高純度化方法により高次元されたガラスパイプは、そのままの状態、例えば光ファイバ用としての形状精度及び純度を満足する。

一方、比較例 1 は、不純物陽イオンがほとんど減少せず、高純度化が充分に行われない。

また、比較例 2 は、ガラスパイプ径標準偏差が増大する。これは、ガラスパイプの変形を意味し、そのままの状態では、例えば光ファイバ用としての形状精度を満足しない。

【0065】

【発明の効果】

本発明によれば、ガラスパイプの変形を高次元で抑制しつつ高純度化を実施できるガラスパイプの高純度化方法を提供できる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の第一実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法に使用できる第一の高純度化装置の概略縦断面図である。

【図 2】

本発明の第一実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法を説明する図である。

。

【図 3】

本発明の第二実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法に使用できる第二の高純度化装置の概略縦断面図である。

【図 4】

本発明の第一実施形態及び第二実施形態の変形例を説明する概略断面図である。

。

【図 5】

本発明の他の実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法を説明する図である。

。

【図 6】

本発明の第三実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法に使用できる第三の高純度化装置の概略縦断面図である。

【図 7】

本発明の第三実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法を説明する図である。

。

【図 8】

本発明の第四実施形態に係るガラスパイプの高純度化方法に使用できる第四の高純度化装置の概略縦断面図である。

【符号の説明】

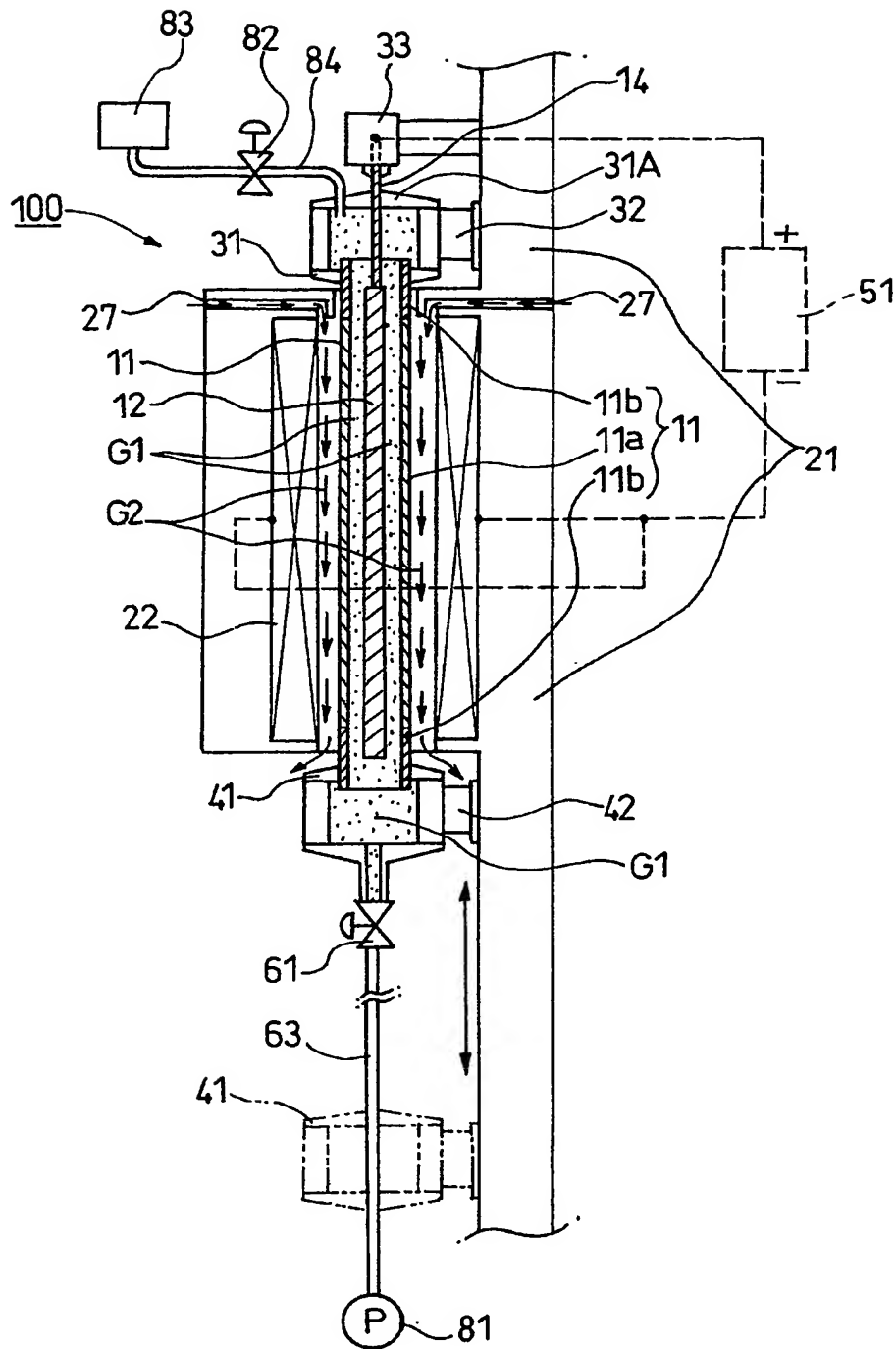
11 ガラスパイプ

11A ガラスパイプの第一端面

11B ガラスパイプの第二端面

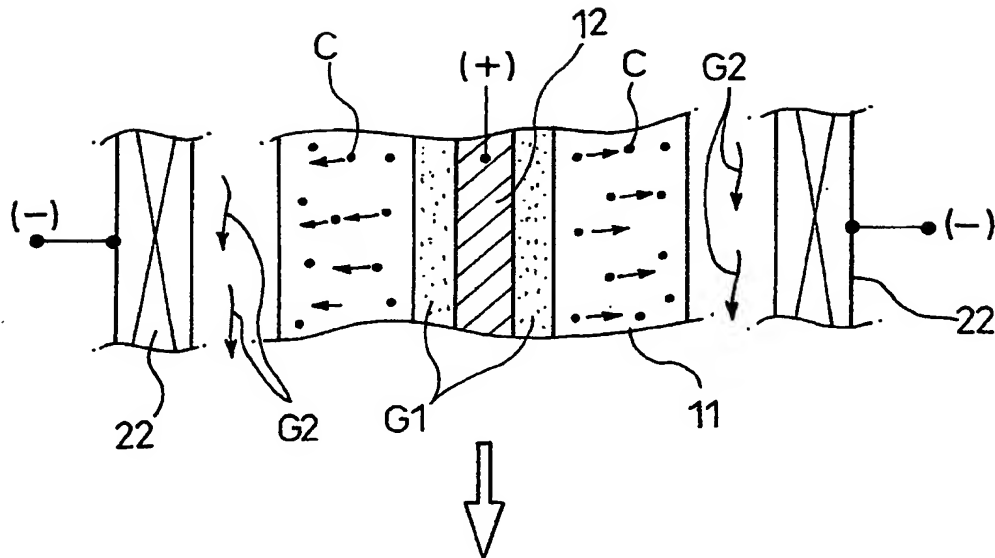
【書類名】 図面

【図 1】

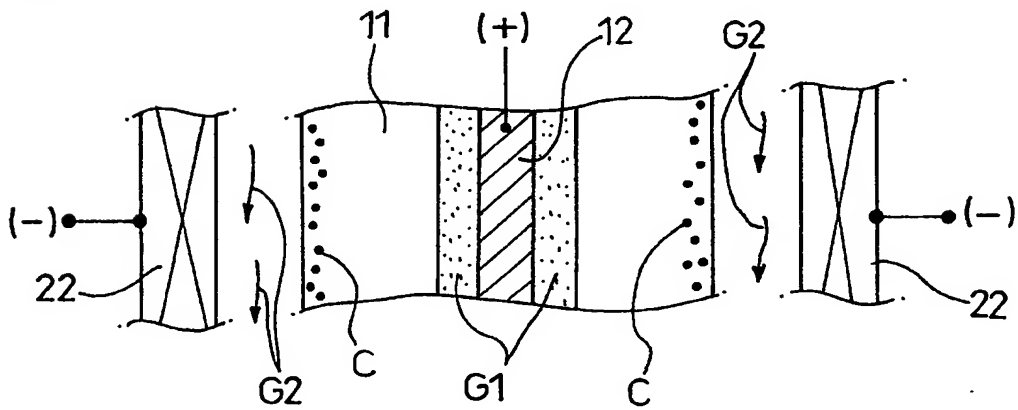


【図 2】

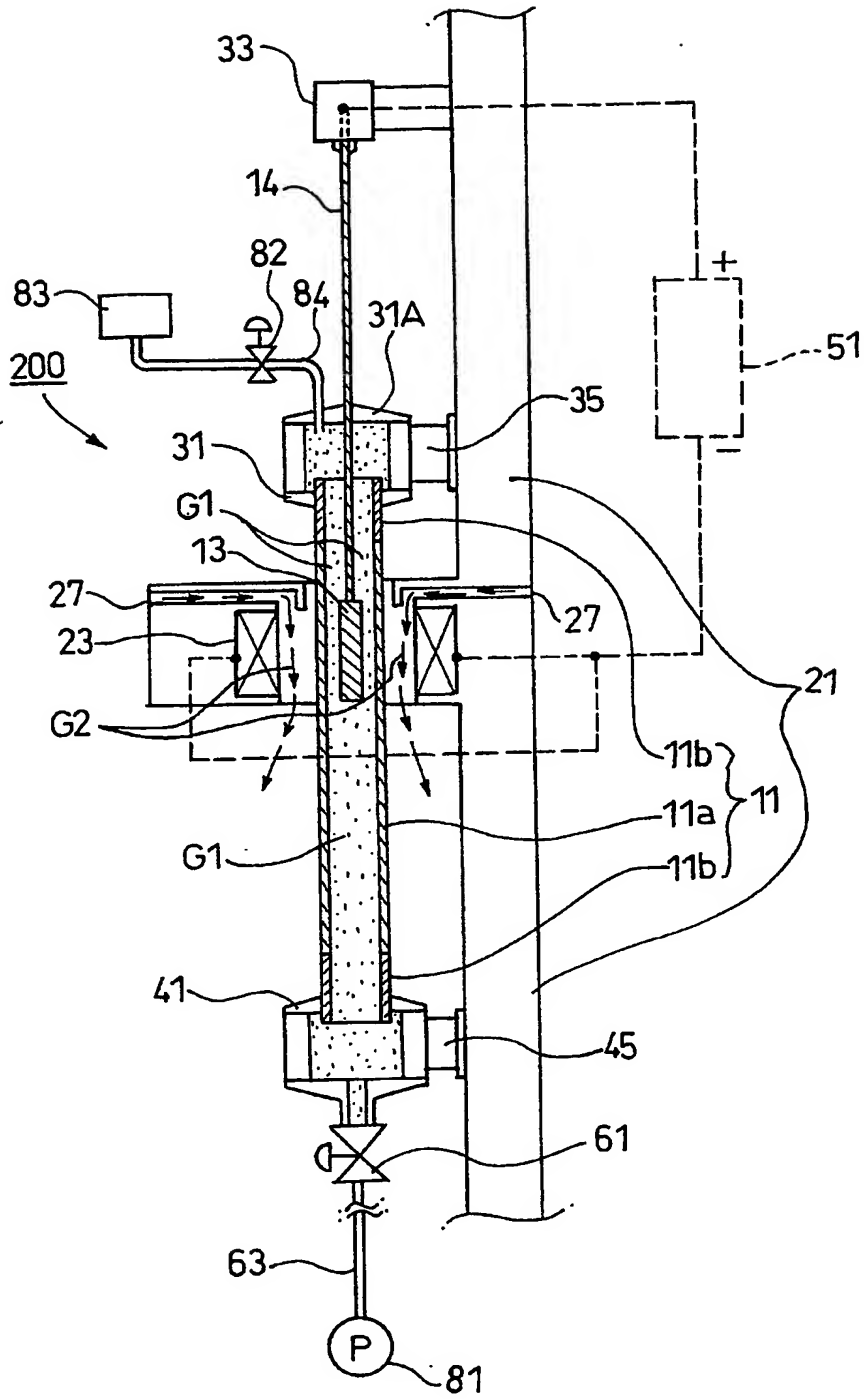
(a)



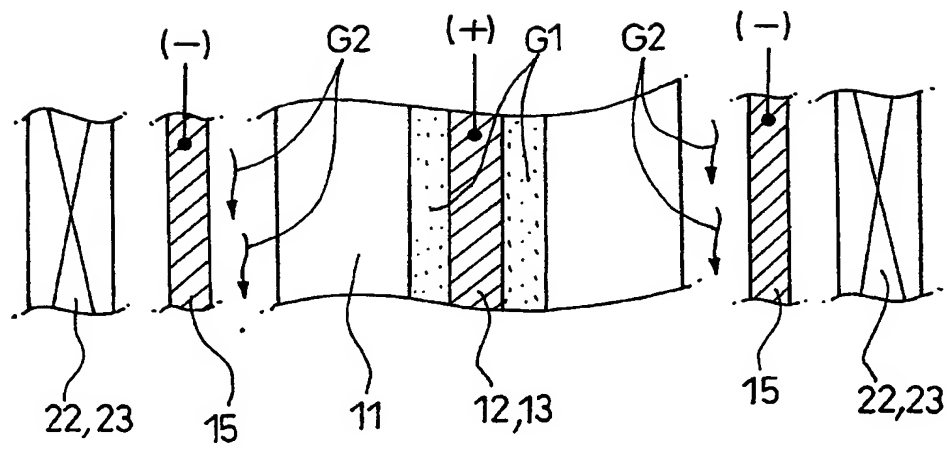
(b)



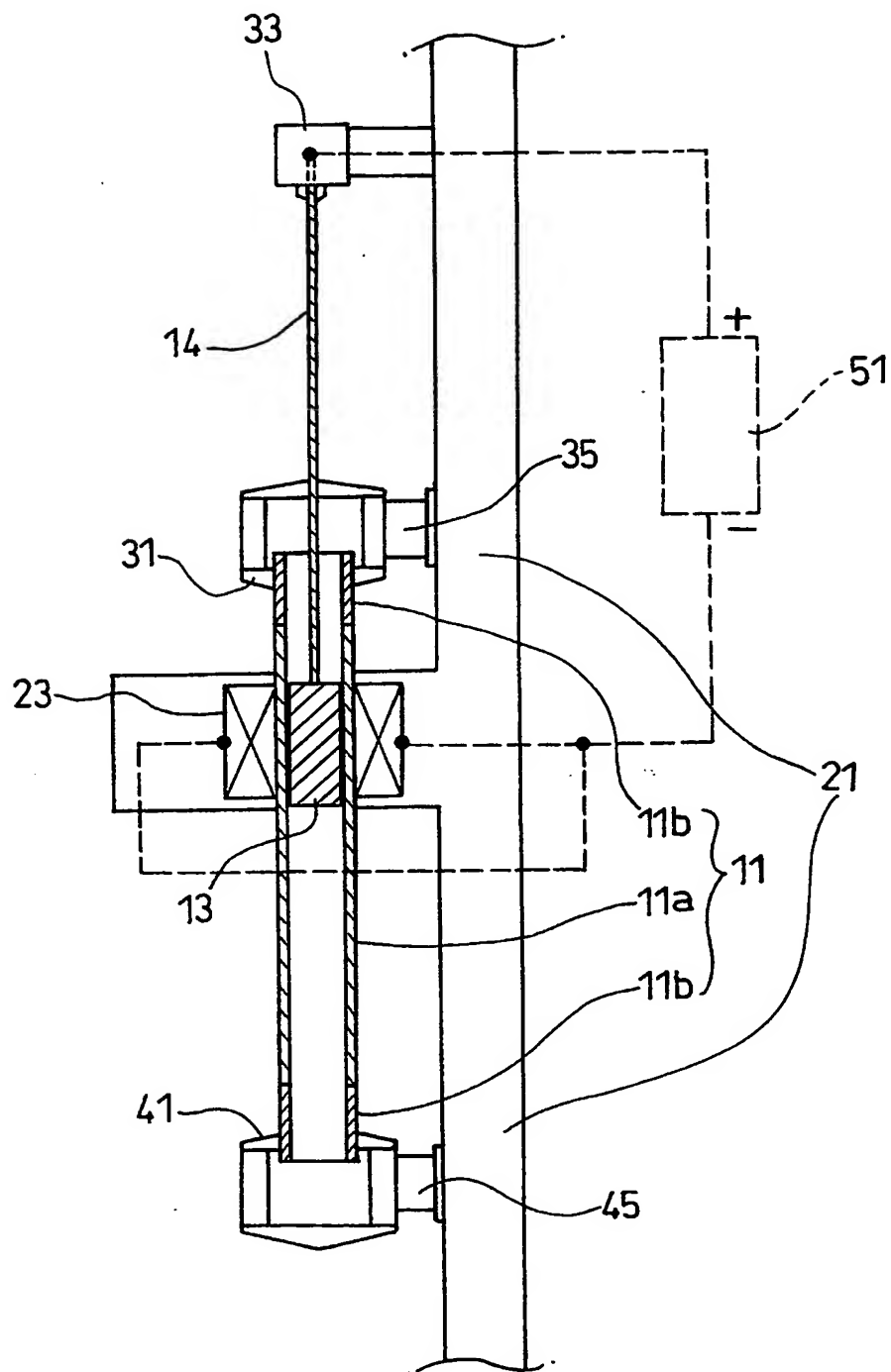
【図 3】



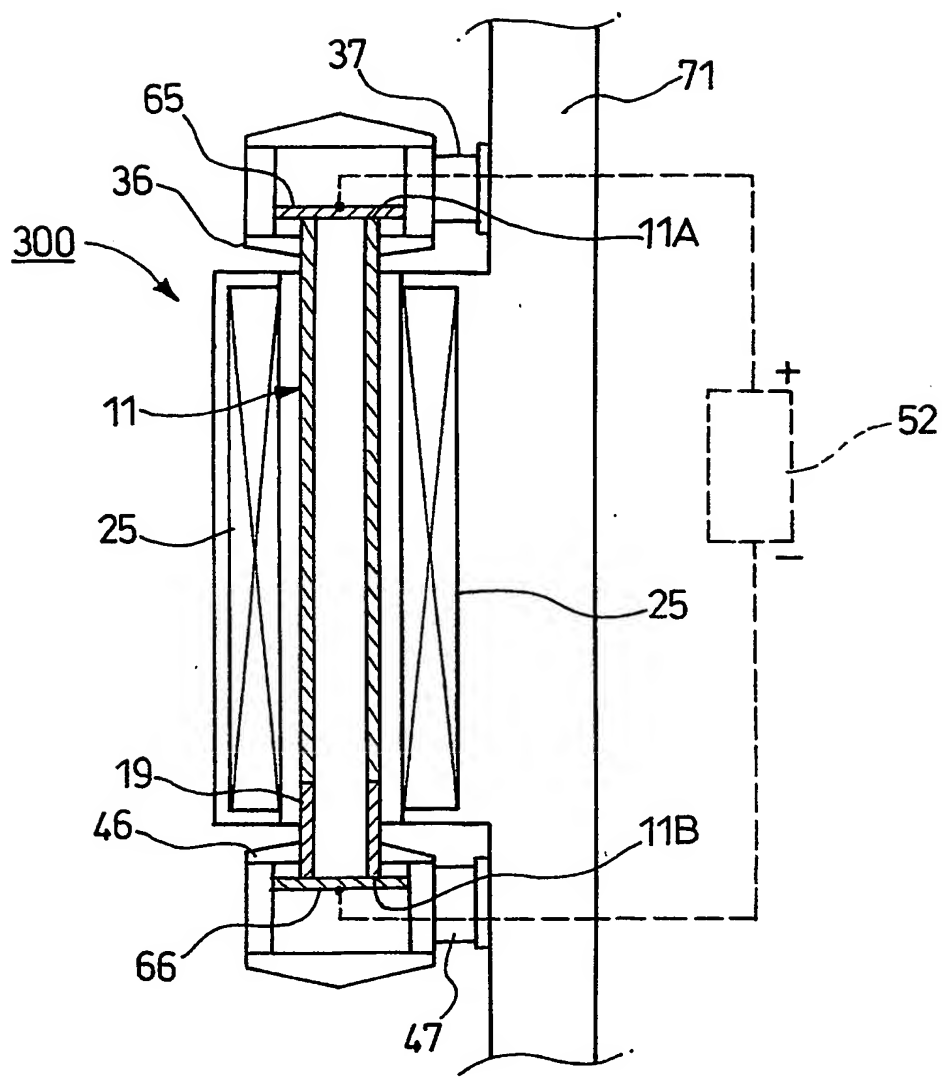
【図 4】



【図 5】

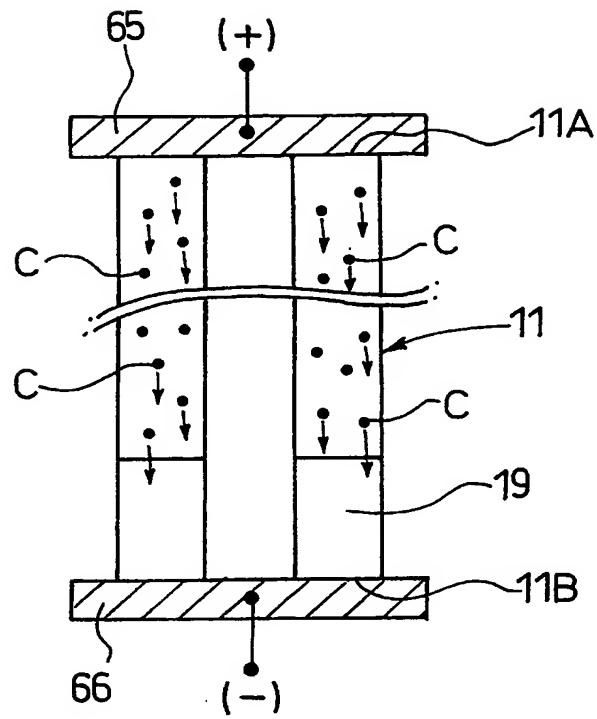


【図 6】

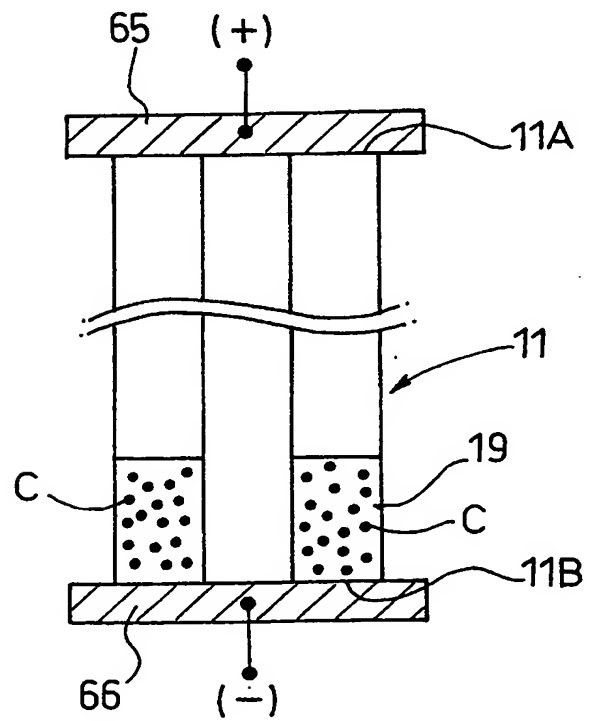


【図 7】

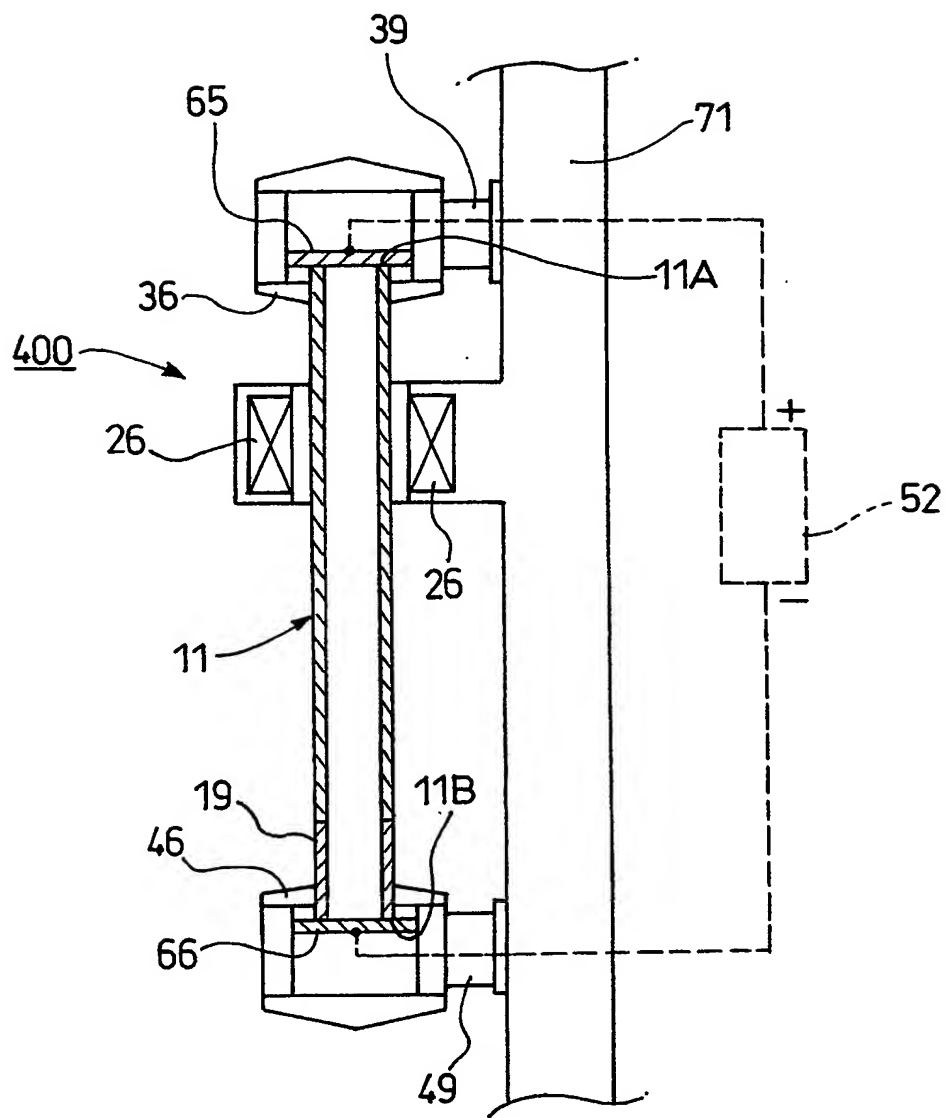
(a)



(b)



【図 8】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 ガラスパイプの変形を高次元で抑制しつつ高純度化を実施できるガラスパイプの高純度化方法を提供する。

【解決手段】 ガラスパイプの高純度化方法は、ガラスパイプ 1 1 を 1 0 0 0 ℃ 以上 1 3 0 0 ℃ 未満の範囲内の温度に加熱しながらガラスパイプ 1 1 に対して電圧を印加する電圧印加工程を有する。

【選択図】 図 2

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2002-235274
受付番号	50201202284
書類名	特許願
担当官	第五担当上席 0094
作成日	平成14年 8月15日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年 8月12日
-------	-------------

次頁無

特願 2 0 0 2 - 2 3 5 2 7 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 2 1 3 0]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 2 9 日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番 3 3 号

氏 名

住友電気工業株式会社